機　器　分　析

センター NEWS

Center For Instrumental Analysis KIT

No 18
2010
February

新規導入機器の紹介

微小領域Ｘ線光電子分光分析装置
ＣＣＤ搭載全自動単結晶構造解析装置
（低温窒素吹きつけ装置付き）

九州工業大学

■目次

●新規導入機器の紹介……1
微小領域Ｘ線光電子分光分析装置
ＣＣＤ搭載全自動単結晶構造解析装置（低温窒素吹きつけ装置付き）
●工大祭特別企画　電子顕微鏡公開セミナー……２６
●利用者講習会……２７
●本センターの機器を利用して得られた成果……３０
●装置利用実績……３６
●分析相談室に寄せられた分析相談……３８
●機器分析センターの活動……４０
●Ｔｅａ　Ｔｉｍｅ……４１
●機器分析センター登録機器……４２

新規導入機器の紹介

微少領域 X 線光電子分光分析装置

AXIS-Nova

大学院工学研究院物質工学研究系
応用化学部門
教授　　横野　照尚　内線
(3318)

１．本装置導入の目的

Ｘ線光電子分光（ＸＰＳ）法は、固体表面にＸ線を照射し、生じた光電子のエネルギーを測定することで、試料表面の構成元素と電子状態を分析する方法である。ほとんどの元素の種類とその電子状態を確認でき、固体物質の表面近傍（数ナノメートル）の元素分布がわかる。固体表面の構造を分析する上で、簡便な手法を提供するとともに重要な役割を果たしている。得られる情報は、ナノテクノロジー研究に最も重要なものの一つで、表面分析で、最も活用されている。学内外の本領域の研究者の先端的な研究を加速するために、表面分析の先進機種である本装置を導入するものである。

２．本装置導入の経緯

機能材料の表面状態観察は、先端研究領域では極めて重要な研究手法である。最近まで、旧型の１機種が稼働していた。ソフトウエアの更新により解析時間は、短縮されたが、本機種は、昭和６３年３月の導入であり、既に２０年経過している。そのため、真空前処理に多くの時間が必要であり、しかもＸ線源の出力が、老朽化により低下しているため、XPS の検出感度までが著しく低下している。従って、多大な労力を費やして、サンプルの前処理、測定を行っても、期待できるデータをほとんど収集できず、部品調達の関係で修理も困難な状況であった。従って、XPS の精密測定の必要なユーザーのほとんどは、XPS の学内測定をあきらめ、国内の主要大学や大企業に測定を知人に頼って依頼せざるを得ない状況であった。この容易ならざる状況に鑑み、概算要求を行っていたところ、補正予算により導入が認可されたものである。

３．本装置の特徴

Ｘ線光電子分光分析装置　Shimadzu AXIS-NOVA 型は、最新の検出器を備えたイメージング分解能 3 ミクロン以下の高精度を有する XPS 装置である。本装置に標準で取り入れられているサンプルトリートメントチャンバーにより、試料の前処理チャンバーとして高い機能と拡張性を持っている。試料加熱冷却およびガス反応機能を持つ試料反応室や、サンプルマガジンなどの拡張性も高い。チャージアップ補正機能を有するため、これまでにない精密測定が可能となる。さらに UPS 装置を備え、半導体及び金属材料のエネルギー密度等の解析も可能である。

この、高性能、高機能 XPS は、表面分析や材料評価といった従来の XPS の分野にとどまらず、新たな新素材開発など、将来のナノテクノロジーの発展にも対応できる先進性も備えている。

４．本装置を用いて行うことができる研究の例

・光触媒ナノ粒子のドープ源その深さ方向のドープ量の濃度分析
・新規半導体材料の伝導帯、荷電子帯のエネルギー解析
・種々の元素の酸化状態解析

５．まとめ

本高性能Ｘ線光電子分光装置が導入されれば、現状では感度限界等の問題により解析できなかった貴重なデータを得られることは間違いなく、研究に与える効果は計り知れない。従って、これまで低分解能 XPS を利用せざるを得なかった使用者が、より分解能の高い装置の使用が可能となることは、研究活動を著しく促進するものであり、その効果も非常に大きい。さらに近隣企業等からの測定依頼にも対応が可能となれば、測定費用として使用料収入が見込まれる。

微少領域 X 線光電子分光分析装置

AXIS-Nova

AXIS-NOVA 本体の写真

1. 装置の構成

1.1 本体部

(1) 電子分光分析　基本部

a) 静電半球形アナライザー＋球面鏡アナライザー
b) ビームスキャンニング機構付き入力レンズ
c) マグネティックレンズ
d) モノクロメーターX 線源
e) エッチングイオン銃
f) ディレイラインディテクターシステム
g) 均一電子中和機構

(2) 真空排気系

a) 分析室排気系

イオンポンプ

チタンサブリメーションポンプ、コールドトラップ付き

b) 試料導入室排気系

ターボ分子ポンプ、ロータリーポンプ

(3) 試料ステージ系

高精度 X, Y, Z, θ4 軸自動ステージ

(4) 試料導入室

(5) 試料分析チャンバー

(6) 冷却水系

(7) 試料観察システム

1.2 データ処理装置

(1) VISION　データ処理システム

a) ハードウェア
b) ソフトウェア

1.3 冷却水循環装置

1.4 全自動ベーキングシステム

1.5 標準付属品

a) サンプルホルダーキット
b) メンテナンス部品、工具一式
c) ステップアップトランス
d) 取扱説明書

1.6 特別付属品

a) UPS システム
b) エアセンシティブサンプルトランスポーター
c) PC プロセッシングパッケージ
d) CasaXPS ソフトウエア

2. 性能

(1) XPS の感度･分解能

清浄な Ag 試料を用いて $Ag3d_{5/2}$ ピークを測定した時の感度・分解能です。
励起源出力は 600 W (15kV, 40 mA)換算しています。

分析径＼FWHM	0.48eV	0.55eV
Large area	250,000cps	750,000cps
55μmϕ	12,000cps	36,000cps
27μmϕ	3,000cps	7,200cps
15μmϕ	800cps	2,400cps

*スポット径は銀のナイフエッジに対し垂直にラインスキャンし、プロファイルが最大強度の 20%から 80%まで変化する距離で定義します。
*Large area は約 700×300μm の分析面積です。

(2) パラレルイメージング空間分解能

最高空間分解能：3 μm 以下

*鋭いエッジに対して垂直にラインスキャンし、プロファイルが最大強度の 20%から 80%まで変化する距離で定義します。

(3) 絶縁物試料に対する感度･分解能

清浄な PET (polyethylene terephthalate)フィルムを測定した時の C 1s スペクトルから得られる感度・分解能です。C1s スペクトル中のハイドロカーボン［C-C、C-H 成分］ピークを用いて強度 (cps)を定義し、エステル［O-C=O 成分］ピークを用いて FWHM (eV)を定義します。

測定エリアは“ Large Area ”を使用します。

励起源出力は 375W (15kV, 25mA)換算しています。

エステル成分の FWHM (eV)	ハイドロカーボンの強度 (cps)
0.68	12,000

*上記の数値は、標準的な 4 ピークモデルでピーク合成した結果から計算すると定義します。

*Large area は約 700×300μm の分析面積です。

(4) UPS の感度･分解能

UV 光源の HeI 励起光で銀のフェルミエッヂと Ag4d ピークを測定したときの性能です。

- エネルギー分解能140 meV 以下の時、感度2,000,000 cps 以上

*エネルギー分解能はフェルミレベル強度の 20%から 80%までの間のエネルギー幅で定義します。

3. 仕様

3.1 エネルギーアナライザー部

a) 形式　180°静電二重半球形アナライザー＋球面鏡アナライザー
b) 軌道半径　165 μm
c) アナライザー配置　スペクトル測定専用分光器（180°静電二重半球形アナライザー）とパラレルイメージング専用分光器（球面鏡アナライザー）は同じ光軸上に配置
d) 入力レンズ系　可変アパーチャ付き走査形
e) 入力レンズ形式　ビームスキャニング機構付き多段静電レンズ＋マグネティックレンズ
f) イメージング機能　光電子スキャニングイメージおよび高速パラレルイメージ：
高速パラレルイメージング機能は、試料の移動や X 線ビームの走査を行うことなく、2 次元的に配列した複数のチャンネルごとに分光された光電子を検出することにより、光電子

検出数の 2 次元分布像を取得（独立かつ同時並行して光電子検出できる最大チャンネル数は、X, Y 軸方向それぞれ 256 個）。また、積算時間 1 秒以上で、256×256 画素以上のデータを測定可能。

g) 最大イメージング視野

パラレルイメージング： 950 μm×950 μm 以下

イメージスティッチング機能使用時：8×8 μm 以下

h) スポットサイズ　700×300 μm (Large area)

55, 27, 15 μm 径 (Small area)

i) スペクトル測定機能　光電子スペクトル測定は、エネルギースキャンによって行うシリアル式、及びアナライザーのエネルギースイープを行わない（1 次元的に配列した複数のチャンネルごとに分光された光電子を検出することにより、光電子の運動エネルギー分布を測定する）スナップショットモードパラレルスペクトル測定が可能。

スナップショット測定の場合、15eV 以上のエネルギー範囲について積算時間 0.1 秒以上で、0.2 eV ステップ以下のスペクトル測定が可能（独立かつ同時並行して光電子検出できる最大チャンネル数は 100 個以上）。

j) マルチポイント分析機能

コンピューター表示されているイメージデータ上で測定点を指定し、サンプルを移動せずに多点を自動分析

k) 磁気シールド　ミューメタル

3.2 検出器

a) 形式　100 チャンネルパルスカウンティング検出器

（ディレイライン検出システム）

b) 構成　マイクロチャンネルプレートおよび直行デュアルアノードライン

3.3 アナライザー制御系

a) 走査方式　アナライザー透過率一定モード (FAT)

b) エネルギー範囲　10 - 1500 eV (XPS モード)

10 - 65 eV (UPS モード)

c) 透過エネルギー範囲　5 - 160 eV （6 段階）

d) エネルギー最小ステップ　25 meV（XPS モード）

2.5 meV（UPS モード）

3.4 モノクロメーターX 線源

a) アノード	Al
b) X 線源	Al Kα
c) 分光結晶	SiO2 (100)（ヨハン型トロイダル結晶）
d) ローランド円直径	500 μm
e) X 線出力	最大 600 W
f) 冷却	アノードと分光結晶を水冷
g) アノード位置調整	アノードは真空外部から位置調整可能 アノード面はフィラメントに対して平行に移動
h) コントロール	高圧・エミッションの ON,OFF 及び出力値の設定、アノード選択、フィラメントエージング（ガス出し）ルーチン設定、デジタルパワーサプライからの高圧・エミッション・フィラメント電流値の読み取り （全てコンピューターコントロール）
i) 安全対策	真空度、冷却水流量、過電流によるインターロック

3.5 エッチングイオン銃

a) 形式	中性粒子除去機能付き低エネルギー差動排気型フローティングイオン銃
b) 使用ガス	Ar
c) ビーム電流調整機構	エクストラクター電流モニターによるフィードバック自動制御
d) 中性粒子除去機構	レンズカラム内 5°ベンド
e) コントロール	ビームの ON, OFF 及び加速電圧の設定、ラスタ範囲の設定、ビームアライメント、加速電圧・エミッション・フィラメント電流値の読み取り （全てコンピューターコントロール。動作条件をデータ処理システムに保存可能）
f) イオン加速電圧	500V ～ 5,000V（この間で任意に設定可能）
g) ラスター範囲	最大 2×2μm 以上
h) Ar ガス導入機構	自動コンピューター制御

3.6 均一電子中和機構

a) 加速電圧	0 ～ 5 V
b) フィラメント電流	0 ～ 2.2 A
c) コントロール	自動コンピューターコントロール
d) 中和方式	レンズ系と同軸に配置したリフレクターとエレクトロンソースにより分析箇所を均一に中和する方式 Ar イオンは併用しない

3.7 分析室

a) 形式	ステンレス製

b) 磁気シールド　　ミューメタル
c) 高真空ポンプ　　480 l/s イオンポンプ
チタンサブリメーションポンプ, コールドトラップ付き
範囲　　10^{-5} Pa から 10^{-8} Pa まで
真空計　　イオンゲージ

d) 粗引きポンプ　　220 l/s ターボ分子ポンプ＋ロータリーポンプ
（試料導入室と兼用）
e) 到達真空度　　10^{-8} Pa のオーダー
f) ベーキング　　断熱カバーおよびヒーター内蔵方式
On/OFF 自動制御タイマー付き
ベーキング温度自動制御機能付き

3.8 試料ハンドリング
a) 試料ステージ　　高精度リニアモーションドライブ X,Y,Z,θ 4 軸自動ステージ
ホルダーサイズ　　直径 110 μm 大型試料ホルダー
最大分析可能領域　　直径 100μm 内 （X 軸 ±50μm、Y 軸 ±50μm）
試料数　　上記範囲内ならば複数個可能
最大試料サイズ　　直径 100 μm×厚さ 10 μm
試料回転　　専用試料回転ホルダー使用
回転範囲： 連続
エッチング分析の際に、面内回転軸から離れた位置においてもその位置が疑似的に回転軸となるようコンピューター制御によって補正する機能あり。対応範囲は回転軸を中心に直径 40 μm。
試料傾斜　　専用試料チルトホルダー使用
傾斜範囲： 0～90°
保持　　試料ホルダを分析位置で保持し、コンピュータ制御により試料を移動させます。

b) 試料導入室
試料数　　最大 3 枚の試料ホルダーを導入・パーキング可能
分析室にて試料を測定中（デプス分析を除く）に試料交換可能
試料ホルダー選択　　サンプルエレベータ
導入方式　　全自動マニピュレータ方式
真空ポンプ　　220 l/s ターボ分子ポンプ＋ロータリーポンプ
（分析室と兼用）
試料導入ドア　　エアセンシティブサンプルトランスポーター用取付口付

c) 自動連続測定機能　試料ホルダーを最大 3 枚同時に試料導入室に装填し、試料を大気に晒すことなく試料ホルダーを自動交換しながら自動連続測定可能。

3.9 試料観察システム

装置本体に組み込まれた試料観察系により、試料の光学イメージを取得・保存します。

a) 試料導入室　広視野高分解能光学カメラ（CCD カメラ）

視野サイズ	120 μm×120 μm（0.12 μm/画素）
カメラ位置	試料ホルダー直上
画像表示	PC 用モニター上
データ保存	測定データと共に観察像をデータ保存可能

b) 試料分析室　高倍率高分解能光学カメラ（CCD カメラ）

視野サイズ	1.6 μm×1.6 μm（1.6 μm /画素）
観察範囲	試料ホルダー全面（試料移動併用）
カメラ位置	試料ホルダー直上
画像表示	PC 用モニター上
データ保存	測定データと共に観察像をデータ保存可能
測定位置指定	保存した光学イメージ上で分析測定位置を指定可能 位置精度は 5 μm 以下

3.10 データ処理装置

a) ハードウェア

本体	Windows 対応パーソナルコンピューター Intel 社製 Core 2 シリーズプロセッサー3.0 GHz 相当以上の性能を持つ CPU を搭載
RAM	2 GB
HDD	250 GB
ディスプレイ	19 inch 以上液晶モニター（1280x1024 画素以上）2 台 （デュアルディスプレイ）
外部記憶装置	DVD+/-RW
プリンター	カラープリンター（カラーハードコピーおよび テキスト印刷用）

注）コンピュータメーカーの都合により、同等または上位機種に変更になることがあります。

b) ソフトウェア（Vision 2）

データ採取、自動分析測定処理、データ採取後のデータ処理、カラーハードコピー出力、およびデータ解析を同時に並行して実行可能。

サーベイスペクトル、ナロースペクトル、線分析、面分析、デプス分析および角度分解分析機能を有します。

スペクトル測定及びパラレルイメージングを自動制御。

装置制御対象　　レンズ（モード、倍率）選択
パスエネルギー選択
アナライザー電圧制御
アパーチャー・アイリス制御
X 線源制御（ON/OFF、エミッション電流、高電圧）
エッチングイオン銃制御（ON/OFF、加速電圧、ラスター範囲）
スイープ（回数、エネルギー範囲、時間）制御
帯電補正機構（フィラメント電流、バイアス電圧）制御
試料位置の移動、記録・読み出し
マルチポイント分析
分析分光部制御（レンズファンクション、マルチチャンネルプレート電圧）
真空ポンプ・バルブ制御
Ar ガス導入
真空度モニター・管理
試料導入操作
ステータス表示　パスエネルギー
アナライザーエネルギー
レートメータ（カウント数、FWHM（ピーク半値幅）、エッジ分解能）
リアルタイム表示　スペクトル表示（スペクトル分析時）
ラインスキャン表示（ラインスキャン分析時）
イメージング表示（イメージング分析時）
待ち行列表示
ランスペシフィケーション
　分析手順をビジュアルにカスタマイズできます。
ループ制御
回数制御
イオン銃制御
試料位置制御
条件のコピー・ペースト、保存・読み出し
アボート（停止）　瞬時停止、スイープ後停止

オフライン処理機能
　スペクトル　スムージング：
Savitzky-Golay 法 (Quadratic, Quartic, Fine),
Gaussian convolution 法
バックグラウンド補正：
直線法、Shirley 法、Tougaard 法、Constant 法、Simple 法
多重スペクトル比較
3 次元表示：

表示方向・線種変更可能
ノーマライズ機能
アノーテーション機能：
ディスプレイ内テキスト、タイトル、縦横軸ラベリング、メジャー
スペクトルの加減乗除算
線種変換機能：
ドット、実線
微分
定量計算：
ピーク面積・高さ計算、コンポーネント計算、変数選択（時間、測定位置）、分析器透過関数補正、感度係数変更可能
縦軸、横軸表示機能：
カウント表示、CPS 表示、リニア表示、Log 表示
KE/BE 表示、距離表示、
デプスプロファイル（深さ方向分析表示）
カーブフィティング機能：
入力波形：ガウス波形、ローレンツ波形、ガウス/ローレンツ混合波形、非対称波形、実測波形
合成波形との差分表示
ピーク間リンク設定
束縛条件入力可能
自動フィッティング：フィッティングパラメータ設定可

イメージ　スムージング
エッジ強調
イメージどうしの加減乗除演算
色調変換
モノトーン表示
イメージ重ね合わせ
多元素表示
イメージズーム
ラインスキャン
ヒストグラム変換
イメージ内ラベリング機能
イメージ → スペクトル抽出
イメージ → ラインスキャン抽出
イメージ → エネルギーシフトイメージ生成

エレメントライブラリ
チューニング機能
データ変換機能

対応フォーマット：VAMAS フォーマット(ASCII テキスト)

オペレーティングシステム等

Microsoft Windows XP Professional（英語版）

3.11 冷却水循環装置

本装置に適した冷却水循環装置です。

装置本体各部の冷却に必要な熱交換能力を有します。冷却には水道水を使用しません。

a) 冷却能力　1500kcal/h
b) 送水温度　20～30℃設定可能
c) 冷却方式　強制空冷
d) コンプレッサ　密閉形
e) 送水能力　22 L/min 以上(送水圧 0.3 MPa 時)
f) 使用水　純水

注）装置メーカの都合により、同等もしくは上位の機種に変更になることがあります。

3.12 サンプルホルダーキット

このサンプルホルダーキットは、試料を測定位置において保持し、XPS 測定を可能とします

構成：

a) 標準試料ホルダー　2 枚
b) 試料回転用ホルダー　1 枚
c) チルト分析用ホルダー　1 枚

3.13 取扱説明書

装置及びソフトウエア取扱説明書

3.14 UPS システム（特別付属品）

本システムは UV 光源と差動排気システムで構成され、装置本体の静電半球アナライザーを用いて紫外線光電子分光分析を行います。

UV 光源の仕様：

a) 使用波長　He I 585.5Å (21.2eV)
　　He II304Å (40.8eV)
b) 使用ガス　He　純度 99.999%以上
　　（お客様側にてご用意ください。）
c) 光ガイド径　1 μm

d) 出力　　ランプ電流最大 40mA

3.15 エアセンシティブサンプルトランスポーター（特別付属品）

大気に暴露するとサンプル特性が変化する試料を、グローブボックス等の内部で調整・封入した後、大気開放せずに装置に導入することを可能にするトランスポーター（トランスファーベッセル）です。試料導入部に装着します。

搬送可能な試料ホルダー数　1個

最大試料サイズ　15 μmφ×3μm 厚
（6μmφ×2μm 厚の試料2個を一度に収納可能）

3.16 PC プロセッシングパッケージ（特別付属品）

装置制御用 PC とは別に用意した外部 PC 上で Vision2オフラインプロセッシングを使用することが可能となります。

a) ハードウェア

本体	Windows 対応パーソナルコンピューター Intel 社製 Core 2 シリーズプロセッサー3.0 GHz 相当以上の性能を持つ CPU を搭載
RAM	2 GB
HDD	250 GB
ディスプレイ	19 inch 以上液晶モニター（1280x1024 画素以上）
外部記憶装置	DVD+/-RW
プリンター	カラープリンター（カラーハードコピーおよびテキスト印刷用）

注）コンピュータメーカーの都合により、同等または上位機種に変更になることがあります。

b) ソフトウェア（Vision 2）

サーベイスペクトル、ナロースペクトル、線分析、面分析、デプス分析および角度分解分析機能を有します。

オフライン処理機能

スペクトル　スムージング：
Savitzky-Golay 法 (Quadratic, Quartic, Fine),
Gaussian convolution 法
バックグラウンド補正：
直線法、Shirley 法、Tougaard 法、Constant 法、Simple 法
多重スペクトル比較
3 次元表示：
表示方向・線種変更可能

ノーマライズ機能
アノーテーション機能：
ディスプレイ内テキスト、タイトル、縦横軸ラベリング、メジャー
スペクトルの加減乗除算
線種変換機能：
ドット、実線
微分
定量計算：
ピーク面積・高さ計算、コンポーネント計算、変数選択（時間、測定位置)、分析器透過関数補正、感度係数変更可能
縦軸、横軸表示機能：
カウント表示、CPS 表示、リニア表示、Log 表示
KE/BE 表示、距離表示、
デプスプロファイル（深さ方向表示）
カーブフィティング機能：
入力波形：ガウス波形、ローレンツ波形、ガウス/ローレンツ混合波形、非対称波形、実測波形
合成波形との差分表示
ピーク間リンク設定
束縛条件入力可能
自動フィッティング：フィッティングパラメータ設定可

イメージ　スムージング
エッジ強調
イメージどうしの加減乗除演算
色調変換
モノトーン表示
イメージ重ね合わせ
多元素表示
イメージズーム
ラインスキャン
ヒストグラム変換
イメージ内ラベリング機能
イメージ → スペクトル抽出
イメージ → ラインスキャン抽出
イメージ → エネルギーシフトイメージ生成

エレメントライブラリー
データ変換機能
対応フォーマット：VAMAS フォーマット(ASCII テキスト)

オペレーティングシステム等

Microsoft Windows XP Professional

3.17CasaXPS ソフトウエア（特別付属品）

XPS, AES, SIMS などに対応したデータ処理専用ソフトウエアです。装置付属のデータシステム Vision 2同等の機能はもとより、さらにそれ以上のデータ処理機能を持つ高性能ソフトウエアです。

Vision 2とは独立に動作します。
ソフトウエアのみの供給になります。

対応 OS：Windows XP
入力データ形式：テキスト（ISO14976フォーマット、Kratos テキスト、その他）

ライセンス： マルチライセンス

3.18 バックアップ用制御 PC（保守部品）

3.10 データ処理装置と同等の制御PCです。装置の保守用です。

a) ハードウェア

本体	Windows 対応パーソナルコンピューター Intel 社製 Core 2 シリーズプロセッサー3.0 GHz 相当以上の性能を持つ CPU を搭載
RAM	2 GB
HDD	250 GB
ディスプレイ	19 inch 液晶モニター（1280x1024 画素以上）2 台（デュアルディスプレイ）
外部記憶装置	DVD+/-RW
プリンター	カラープリンター（カラーハードコピーおよびテキスト印刷用）

注）コンピュータメーカーの都合により、同等または上位機種に変更になることがあります。

b) ソフトウェア（Vision 2）

データ採取、自動分析測定処理、データ採取後のデータ処理、カラーハードコピー出力、およびデータ解析を同時に並行して実行可能。

サーベイスペクトル、ナロースペクトル、線分析、面分析、デプス分析および角度分解分析機能を有します。

スペクトル測定及びパラレルイメージングを自動制御。

装置制御対象	レンズ（モード、倍率）選択 パスエネルギー選択 アナライザー電圧制御

アパーチャー・アイリス制御
X 線源制御（ON/OFF、エミッション電流、高電圧）
エッチングイオン銃制御（ON/OFF、加速電圧、ラスター範囲）
スイープ（回数、エネルギー範囲、時間）制御
帯電補正機構（フィラメント電流、バイアス電圧）制御
試料位置の移動、記録・読み出し
マルチポイント分析
分析分光部制御（レンズファンクション、マルチチャンネルプレート電圧）
真空ポンプ・バルブ制御
Ar ガス導入
真空度モニター・管理
試料導入操作

ステータス表示　パスエネルギー
アナライザーエネルギー
レートメータ（カウント数、FWHM（ピーク半値幅）、エッジ分解能）

リアルタイム表示　スペクトル表示（スペクトル分析時）
ラインスキャン表示（ラインスキャン分析時）
イメージング表示（イメージング分析時）

待ち行列表示

ランスペシフィケーション
分析手順をビジュアルにカスタマイズできます。
ループ制御
回数制御
イオン銃制御
試料位置制御
条件のコピー・ペースト、保存・読み出し

アボート（停止）　瞬時停止、スイープ後停止

オフライン処理機能

スペクトル　スムージング：
Savitzky-Golay 法 (Quadratic, Quartic, Fine),
Gaussian convolution 法
バックグラウンド補正：
直線法、Shirley 法、Tougaard 法、Constant 法、Simple 法
多重スペクトル比較
3 次元表示：
表示方向・線種変更可能
ノーマライズ機能
アノーテーション機能：

ディスプレイ内テキスト、タイトル、縦横軸ラベリング、
メジャー
スペクトルの加減乗除算
線種変換機能：
ドット、実線
微分
定量計算：
ピーク面積・高さ計算、コンポーネント計算、変数選択（時間、
測定位置)、分析器透過関数補正、感度係数変更可能
縦軸、横軸表示機能：
カウント表示、CPS 表示、リニア表示、Log 表示
KE/BE 表示、距離表示、
デプスプロファイル（深さ方向分析表示）
カーブフィティング機能：
入力波形：ガウス波形、ローレンツ波形、ガウス/ローレンツ混合
波形、非対称波形、実測波形
合成波形との差分表示
ピーク間リンク設定
束縛条件入力可能
自動フィッティング：フィッティングパラメータ設定可

イメージ　スムージング
エッジ強調
イメージどうしの加減乗除演算
色調変換
モノトーン表示
イメージ重ね合わせ
多元素表示
イメージズーム
ラインスキャン
ヒストグラム変換
イメージ内ラベリング機能
イメージ → スペクトル抽出
イメージ → ラインスキャン抽出
イメージ → エネルギーシフトイメージ生成

エレメントライブラリ
チューニング機能
データ変換機能
対応フォーマット：VAMAS フォーマット(ASCII テキスト)

オペレーティングシステム等
Microsoft Windows XP Professional（英語版）

4. 設置仕様

a) 本体寸法　　2060 μm (W) ×1064 μm (D) ×1955 μm (H)
b) 本体重量　　約 1200 kg
c) 乾燥窒素ガス　　5.6 kgf/cm^2（バルブ開閉・ベント用）
d) アルゴンガス　　0.28 kgf/cm^2、純度 99.99%以上（イオンエッチング用）
e) ヘリウムガス（UPS もしくは ISS オプション付属時のみ）
　　純度 99.999%以上 1～2 kgf/cm^2（UV 光源もしくは ISS 用イオン源用）
f) 搬入口　　幅 1070 μm×高さ 1955μm 以上
g) 電源　　単相 AC 200 ±10%、50 A、1 回路
　　単相 AC 200 ±10%、15 A、1 回路（冷却水循環装置）
　　（但し、急激な電圧変動が±5%以上あるときはスタビライザを設けて下さい）
h) 室温　　22℃±5℃、ドリフト±2℃／日、1℃／時間
i) 相対湿度　　65%未満　露結のないこと
j) 磁場　　交流磁場変動 20 ミリガウス未満 (P-P, 5 ～ 200 Hz)
　　直流磁場1ガウス以下
k) 振動　　5μm以下 (0.1 ～ 50 Hz)
l) 接地　　接地抵抗 100Ω以下、単独

新規導入機器の紹介

CCD 搭載全自動単結晶構造解析装置（低温窒素吹きつけ装置付）

専門委員　森口哲次
（工学研究院物質工学研究系：内線３３３０）

§1.はじめに

物質の各種の性質は、その物質を構成している原子、分子の種類や特性に依存するとともに、これらの原子、分子の存在形態など（特に、固体物質の場合には結晶構造など）に大きく依存している。したがって、固体物質を研究対象としている研究分野においては、その物質を構成している分子や原子の結合状態、すなわち結晶構造の解明は不可欠である。また、分子の種類や特性を明らかにするために、１つの分子そのものの立体構造の解明が必要な場合も多い。そして、これらを解明するための種々の方法が開発されている中で、直接的に結晶のミクロな構造が観察できる唯一の方法が単結晶Ｘ線構造解析法である。

既に工学部機器分析センターには、平成５年度からから「４軸型単結晶自動Ｘ線構造解析装置」が設置使用されていた。しかし、本装置の老朽化に伴い、今回平成２１年補正予算として要求が認められた CCD 搭載全自動単結晶構造解析装置（低温窒素吹きつけ装置付）が後継機器として納入・設置された。

本装置は、分子構造・結晶構造が未知の物質の単結晶にＸ線を照射し、Ｘ線の回折方向及び強度を詳細に測定し、これらの測定データを解析してその物質の構造を明らかにできる装置で、本学における有機合成化学、無機化学、材料工学、物性物理学、応用物理学などの分野の研究を飛躍的に進展させるために不可欠な分析機器の一つであるといえよう。従来のＸ線結晶構造解析装置がその分野の専門家のみしか使用できなかったのに対して、本放置はコンピューターおよび完備されたソフトウエアによる各種の測定の完全自動化、収集した回折データをもとに行う構造解析の自動化が可能なので、“Ｘ線の専門家でなくても未知物質の構造解析ができる”、という大きな特徴を持っている。

現在は機器分析センター２階で維持・管理していくが、装置の導入の経緯及び耐用年数を勘案して、この間も利用希望者にできるだけの便宜をはかっていく予定である。本装置の完全な習熟と稼動までは、本装置を利用していただく際に不便な点もあるかもしれないが、あらかじめご理解いただきたい。

§２．Ｘ線構造解析とは

２．１　理論

Ｘ線構造解析は、単結晶によるＸ線の回折現象を利用して結晶内部の原子・分子配列、分子構造などを明らかにすることである。Ｘ線を結晶に照射するとＸ線は結晶中の電子によって散乱されるが、原子や分子が結晶として３次元的な規則格子を形成しているため、散乱Ｘ線は特定の方向で強めあい回折Ｘ線が観測できる。

Ｘ線構造解析において最も基本的な関係式は次の３式である。

$$|F(hkl)|^2=I(hkl) \quad (1)$$

$$F(hkl)=\Sigma f_n \exp\{2\pi i(hx_n+ky_n+lz_n)\} \quad (2)$$

$$\rho(x,y,z)=(1/V)\Sigma\Sigma\Sigma F(hkl)\exp\{-2\pi i(hx+ky+lz)\} \quad (3)$$

ただし、ここで $I(hkl)$はミラー指数(hkl)の反射の回折Ｘ線強度、$F(hkl)$は結晶構造因子、f_nは原子散乱因子、$\rho(x,y,z)$は結晶内の電子分布密度である。$I(hkl)$は回折Ｘ絶強度の測定から実験的に直接に得られる量である。$F(hkl)$は原子の配置に直接関係した量で、原子散乱因子f_nと（2）式の関係があり、電子分布密度と（3）式の関係がある。

実験的に得られるのは結晶構造因子$F(hkl)$の絶対値$|F(hkl)|$である。すなわち、$F(hkl)$の位相を実験的に決めることはできない。そこで、回折強度$I(hkl)$から結晶の実像を得ようとするときに避けられない問題（位相問題）が残る。いくつかの異なる方法、あるいはこれらを組み介わせた方法によって位相問題が解決すれば、（3）式によって電子分布密度を知ることができる。Ｘ線構造解析によって得られる直接の情報はこの電子分布密度であるが、電子分布密度の大きい場所に原子が存在すると期待されるので、これによって原子の配置を知ることができる。結晶の化学組成や構成分子の構造は、あらかじめ他の測定（核磁気共鳴：ＮＭＲ、質量分析：ＭＳ、赤外線吸収スペクトル:IR、元素分析など）によってわかっているのが一般的なので、電子分布密度から原子配置を読みとることは困難ではない。原子の校具は単位格子内原子座標として得られるが、その原子座標や熱振動パラメーターである温度因子を仮定した構造モデルについてその結晶構造因子$|F_c|$を計算し、(1）式から得られる結晶構造因子$|F_o|$と比較する。その比較にはR値と呼ばれる量が用いられている。R値は、

$$R=100(\Sigma||F_o|-|F_c||)/\Sigma|F_o| \qquad (4)$$

で定義され、構造モデルがどの程度正しいかという目安を与える量である。解析が造むとR値は10%以下になり、最終的には５%前後の値になる。そして、その時の結晶構造モデルが実際の結晶構造であると判断される。

２．２　実験

単結晶による単色Ｘ線の回折強度の測定は、結晶の座標系に対して入射するＸ線の方向と回折するＸ線の方向を指定して行われる。ある１つの結晶軸を定めたとき、この軸に相対的なある方向を指定するには２個の角度変数が必要である。したがって、入射Ｘ線と回折Ｘ線それぞれの方向に２個ずつ、合計４個の角度変数が必要で、これらの角度がそれぞれ独立に設定できなければならない。この条件を満たす回折計として最も多く使用されているのが４軸ゴニオメーターである。しかし最近は実際に複数の回折ピークを一定の面単位で捉え記録するIP（イメージングプレート）やCCDといった撮像素子の発達が著しく、それらを反射ピークのデータ収集に用いることで従来の４軸ゴニオメーター測定に比べて著しい測定時間の短縮が可能となった。CCD回折ピーク検出チップの外観を図１に示す。

図１　CCD回折ピーク検出チップ（ブルカー社製）

一方、測定する結晶は、外径 0.5mm 以下、通常は 0.1mm 程度の大きさのものを選び、細いガラス棒の先端に接着剤で取り付けてゴニオメーターヘッドに固定する。

この結晶は、結晶の中心で交わる３本の軸（φ軸、２θ軸、ω軸）の回りを独立ステッピングモーターにより回転できる。ゴニオメーターヘッドの中心軸がφ軸で、この軸の回りを結晶は 360°回転できる。なおχ軸は、固定である。パソコンで制御・計算しながら結晶および CCD 回折ピーク検出部を移動させて回折Ｘ線強度を測定し、予備的なピークサーチを手始めに、以下に示すような手順で一般に測定・解析が進められる。

①測定条件設定
②測定、データ収集
③解析

この流れの中で使用するソフトウェアとして、装置制御・データ収集及びフレームデータ表示ソフトウェア、データ収集ストラテジーのシュミレーションソフトウェア、測定反射データの３次元逆格子表示・編集ソフトウェア、双晶解析ソフトウェア（吸収補正機能含む)、積分強度計算ソフトウェア、吸収補正ソフトウェア（経験的吸収補正及び解析的吸収補正)、構造解析ソフトウェア（SHELX 標準装備)、自動構造解析ソフトウェアがある。

回折Ｘ線強度のデータは分子構造によって極めて多数となるが、結晶のマウント後は、このデータ収集も含めて、現在では結晶マウント後、解析まで含めてほぼ全て全自動で行うことも可能になっている。

２．３　解析

空間群の決定や構造解析は、ワークステーション、パーソナルコンピューターを用いて行なわれる。構造解析法には重原手法や直接法などがあり、それぞれに優れた多くのプログラムがあるが、最近の優れた直接法プログラムのおかけで、低分子有機化合物などはこれらのプログラムで完全自動解析することも可能になってきている。

§３．機器の構成と性能

今回納入された装置は、ブルカー社製「単結晶自動Ｘ線構造解析装置（SMART APEXII　KY)］である。そのシステム構成の写真を図２に示す。この装置は、①X 線発生装置及びゴニオ部と CCDＸ線検出チップ部、②制御測定系コンピューター部、③構造解析系コンピューター部、④試料低温ガス吹き付け装置部に大きく分けることができる。

①は、最大定格出力 3kW の封入管陰極形 X 線発生装置、ゴニオメーター、CCDＸ線検出チップ部などで構成されている。ターゲットは Mo、Cu が各１台あり、目的に応じて交換して使用できる。発生したＸ線はグラファイト平板モノクロメータで単色化され、さらにコリメーターによりビーム径 0.3、0.5mm などの細いＸ線ビームに絞られる。そのＸ線ビームは、ゴニオメーターヘッドに取り付けられた単結晶にあたって散乱・回折する。そして、特定の方向に回折した回折Ｘ線の強度などを CCDＸ線検出チップで測定する。

②は、パソコン（WINDOWSXP)、プリンターなどで構成されている。パソコンによりゴニオメーターの制御、回折Ｘ線の強度の自動測定およびデータの記録などを行う。全自動回折データ収集ソフトウエアにより測定は完全自動化されているので、良い単結晶であれば、ユーサーが単結晶についての数極の情報を人力するだけで、解析に必要な全てのデータ収集が全自動で行われる。データはハードディスクに一時的に記録するとともに、種々の記憶メディアに記録

して保存できる。

③は、パーソナルコンピューター (WINDOWSXP)、レーサープリンターなどで構成されている。PC 間は EtherNet でつながっている。②で得られた測定データをネットワーク経由で転送し、２合の PC を使用して、２名が回時に独立に構造解析を行うことができる。付属の構造解析ソフトウェア“APEX2"は、有機・無機を問わず、あらゆる分野で利用できるユニバーサルな構造解析ソフトウェアで、ルーチン解析には完全自動化機能が利用でき、また、世界的に優れた直接法プログラム(SHELXS など)も簡単に選択・使用できる。解析結果は、３次元グラフィックスによるカラーディスプレイ画面上でのビジュアル化、レーザープリンター、カラープリンターによる出力が可能である。

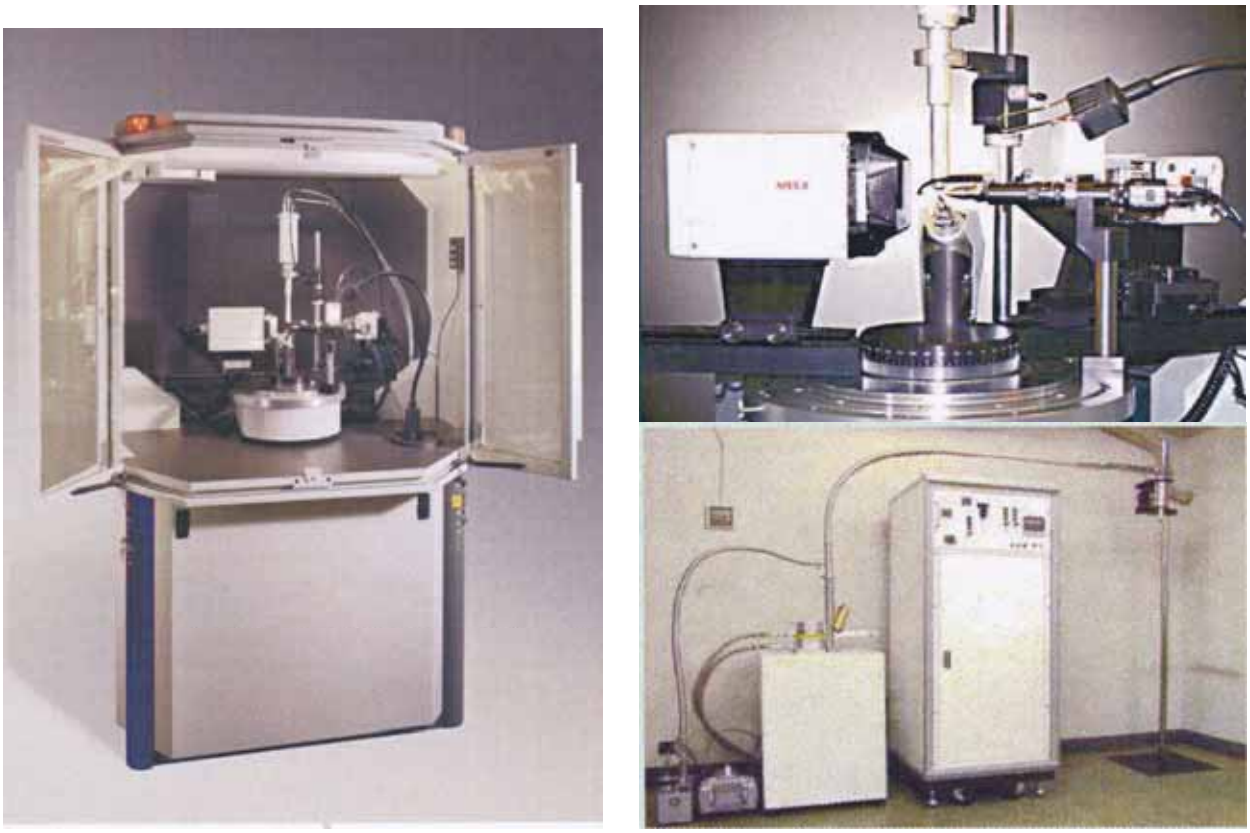

図２　単結晶自動×線構造解析装置ブルカー社製 SMART　APEXII　KY のシステム
（写真左：装置外観、写真右上：ゴニオ部と CCDX 線検出チップ部、
写真右下：試料吹き付け低温ガス発生装置）

④は、試料を－183～147℃の温度域の希望する温度に保持するための装置である。低温装置は、低温窒素ガスの温度をコントロールして試料に吹き付ける装置である。他方、高温装置は、加熱した窒素ガスを試料に吹き付ける装置である。温度変化に伴って構造が変化するような物質では、室温以外の温度での測定が必要になる。また、このような物質でなくても、単結晶試料の温度を下げると原子や分子の熱運動が小さくなり、より精度の良い精密な構造決定が可能になる。

なお、この装置のさらに詳しい性能等をお知りになりたい方は、専門委員の森口(戸畑キャンパス内線 3330)まで直接お問い合わせください。

§４．構造解析の例

Ｘ線構造解析の一例として、機器分析センターに納入・設置された本装置で測定・解析が行われ、結晶構造・分子構造が明らかになった化合物の結果を以下に示す。

この物質は、ＮＭＲ、ＭＳスペクトルなどの結果から、図３に示すような分子構造をしていると予測されていたが、結晶内で芳香環の外部ビチオフェン部位が２つそれぞれ並行方向に向いているのか、あるいは垂直方向に配向しているのか、その立体構造までは明らかでなかった。しかしながら、0.2mm 角程度の単結晶を用いて低温でデータ収集を行い、直接法を用いて解析した結果、以下に示すような結晶学的データが得られ、図４に示すような分子の立体構造が明らかになった。その結果、着目していた外部オリゴチオフェン部位はそれぞれ並行ではなく９０°弱傾いて配向しており、２つの芳香環部位が同一方向を向いて重なっている Syn-Structure をしていることが明らかになった。さらに、結晶溶媒としてベンゼンを内包することも明らかとなった。

分子式：$C_{38}H_{30}S_6$、分子量：679.01、結晶系：三斜晶、空間群：P-1、単位格子：a = 9.8263(3)Å , b = 13.5119(3) Å , c = 14.1160(4) Å , α = 104.9451(7)°, β = 101.9353(9)°, γ = 110.110(1)°、単位格子体積：1607.71(8)、分子数：2、密度：1.403g/cm^3、吸収係数(μ(Mo-Kα)) 0.454mm^{-1}

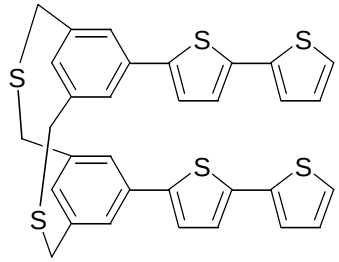

図３　Bis(bithiophene)dithiabenzenophaneの分子構造式

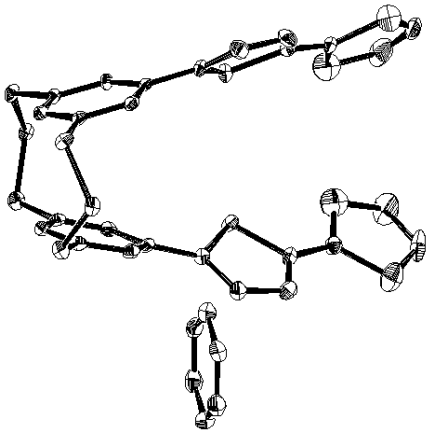

図４　Bis(bithiophene)dithiabenzenophane の立体構造（ORTEP 図）

§5.おわりに

本装置の購入を概算要求した際、および補正予算により購入が認められた際に、工学部事務をはじめ事務当局には、迅速にかつ熱心に対応していただき、思いのほか早く、また、我々の希望を十分に満たす装置が購入・利用できるようになった。改めてここに感謝の意を表したい。しかしながら、最先端機器は、使用しなくとも年数の経過と共にその価値が激減するので、この装置が学内の多くの研究者に頻繁に利用され、研究の進展に大いに役立つことを希望している。

参考文献

１）後藤他監修「有機化学実験のてびき（2）（構造解析）］（化学同人、1989）
２）桜井敏雄著「Ｘ線結晶解析」（裳華房、1967）
３）菊田醒志著「Ｘ線回折・散乱技術（上

工大祭特別企画　電子顕微鏡公開セミナー

電子顕微鏡で覗くミクロの世界

実施組織：九州工業大学工学部技術部マテリアル技術班

目的	『子供達に科学する好奇心と感動を与えよう！』をテーマに、地域貢献活動として電子顕微鏡の公開セミナーを開催いたします。
日時	2009年11月21日（土） 1回目：午前10時30分　2回目：午後1時　3回目：午後3時
会場	産学連携推進センター 105号室
公開機器	日本電子製 JXA-8900R （機器分析センター管理の装置）
プログラム	昆虫標本の各部位の観察 （観察した標本：アリ、セミ、クモ、カマキリ） 硬貨の微細構造観察と元素分析・比較 （観察した硬貨：5円、10円、100円、500円）
結果	走査電子顕微鏡の簡単な説明の後、昆虫標本と硬貨の観察を開始しました。ディスプレーに写る昆虫や硬貨のミクロ画像に来場者の子供達は興味津々で食い入るように覗き込んでいました。光学顕微鏡では焦点深度が浅いためシャープに見えるのはごく一部ですが、電子顕微鏡では焦点深度が深いため画面いっぱいにシャープな画像が写ります。自分の顔より大きな昆虫画像に驚いていました。電子顕微鏡を身近に見たり触れたりするのはほとんどの子供がはじめての体験なので、オペレータの説明もそこそこに装置に触れたり質問をとばしていました。プログラムの進行方法や後ろの方が見え難い等の課題がみつかりました。
来場者数	27名（親子ペアー12組）
謝辞	本セミナー開催にあたりご指導ご協力をいただきました機器分析センターの下崎教授、白石技術専門職員に感謝いたします。

利 用 者 講 習 会

●液体窒素

日時　　平成２１年５月１１日（月）13:00～
場所　　機器分析センター１階　図書・資料室及び暗室
講師　　下崎敏唯（機器分析センター）
受講者数　　５９名

●４００M－NMR

日時　　平成２１年５月１５日（金）13:00～
場所　　機器分析センター１階　図書・資料
講師　　荒木孝司（工学部）
受講者数　　３８名

●５００M－NMR

〈第一回講習会〉

日時　　平成２１年５月２２日（金）13:00～
場所　　機器分析センター１階　有機物構造解析室
講師　　国末真澄（工学部）
受講者数　　４名

〈第二回講習会〉

日時　　平成２１年５月２７日（水）10:30～
場所　　機器分析センター１階　有機物構造解析室
講師　　国末真澄（工学部）
受講者数　　７名

●ＸＰＳ

日時　　平成２１年６月９日（火）10:00～
場所　　旧ＳＶＢＬ棟２階　２０１室
講師　　橋本健二（島津計測サービス株式会社）
受講者数　　２１名

●ＢＥＴ

日時　　平成２１年６月１６日（火）14:40～
場所　　機器分析センター１階　図書・資料室
講師　　高瀬聡子（工学部）
受講者数　２０名

●AFM 原子間力顕微鏡　STM 走査型トンネル顕微鏡

〈講習〉
日時　　平成２１年１２月３日（木）9:30～
場所　　機器分析センター２階　表面分析室
講師　　柳　正則（株式会社東陽テクニカ）
受講者数　１１名

〈測定法紹介〉
日時　　平成２１年１２月４日（金）13:00～
場所　　機器分析センター２階　表面分析室
講師　　柳　正則（株式会社東陽テクニカ）
受講者数　１２名

本センターの機器を利用して得られた成果

（２００８－２００９／3月）

755. "Electrochemical assay of plasmin activity and its kinetic analysis"
Keiichi Ohtsuka, Iwao Maekawa, Michinori Waki, and Shigeori Takenaka
Analytical Biochemistry, 385, 293-299 (2009).
●NMR，元素分析

756. "Detection of Antibody to Avian Influenza Virus with Electrochemical Immunoassay (eELISA)"
Keiichi Ohtsuka, Hiroshi Endo, Kimio Morimoto, Bui N. Vuong, Haruko Ogawa, unitoshi Imai, and Shigeori Takenaka
Analytical Sciences, 24, 1619-1622 (2008).
●NMR，元素分析

757. "Synthesis of naphthalenediimide having two ß-cyclodextrins at both of its substituent termini"
Keiichi Ohtsuka, Shinobu Sato, Sadayoshi Watanabe, Kohei Komizo, and Shigeori akenaka
Nucleic Acids Symposium Series, 52, 717-718 (2008).
●NMR，元素分析

758. "Synthesis of a perylene diimide derivative having two ferrocene moieties as an electrochemical indicator for human telomeric DNA tetraplex"
Ryota Fujikawa, Sadayoshi Watanabe, Keiichi Ohtsuka, Shinobu Sato, and Shigeori Takenaka
Nucleic Acids Symposium Series, 52, 241-242 (2008).
●NMR，元素分析

759. Synthesis of a naphthalene diimide derivative having four ferrocene moieties as an electrochemical DNA hybridization indicator
Shinobu Sato, Masato Tsueda, Sadayoshi Watanabe, Keiichi Ohtsuka, and Shigeori Takenaka
Nucleic Acids Symposium Series, 52, 239-240 (2008).
●NMR，元素分析

760. "Interaction of potassium ion with oligonucleotide carrying human telomeric sequence and pyrene moieties at both termini"
Hirohisa Hayashida, Jan Paczesny, Bernard Juskowiak, and Shigeori Takenaka
Bioorganic & Medicinal Chemistry, 16, 9871-9881 (2008).
●NMR，元素分析

761. "Electrochemical Assay for DNase I Activity"
Shinobu Sato,Katsuya Fujita, Masanori Kanazawa, Kosuke Mukumoto, Keiichi Ohtsuka, Michinori Waki, and Shigeori Takenaka,
Analytical Biochemistry, 381, 233-239 (2008).
●NMR, 元素分析

762. "Linker effect of ferrocenylnaphthalene diimide ligands in the interaction with double stranded DNA"
Shinobu Sato and Shigeori Takenaka,
Journal of Organometallic Chemistry, 693, 1177-1185 (2008).
●NMR, 元素分析

763. Exposed Crystal Surface-controlled TiO2 Nanorods Having Rutile Phase from TiCl3 under Hydrothermal Conditions
E. Bae, N. Murakami, and T. Ohno
J. Mol. Catal. 300, 72-79 (2009)
●TEM, XPS

764. Shape-controlled anatase titanium(IV) oxide particles prepared by hydrothermal
treatment of peroxo titanic acid in the presence of polyvinyl alcohol
N. Murakami, Y. Kurihara, T. Tsubota, S. Yamada, K. Yoshinaga and T. Ohno*
J. Phys. Chem. C., 113, 3062-3069 (2009).
●TEM, XPS

765. Novel hydrothermal preparation of pure brookite-type titanium(IV) oxide nanocrystal under strong acidic conditions
N. Murakami, T. Kamai, T. Tsubota and T. Ohno*
Cat. Commun., 10, 963-966 (2009)
●TEM, XPS

766. SiC(000-1)表面上での自己組織的カーボンナノチューブ形成に関する研究
米久保喜彦、上田大志、山内貴志、碇智徳、内藤正路、西垣敏、大門秀朗、生地文也
表面科学、29 巻（2008）pp418-420.
●透過型電子顕微鏡

767. Influence of the vacuum level upon the growth of carbon nanotubes on silicon carbide surface
J.Yoshida, Y.Yonekubo, T.Nakanishi, H.Okado, M.Naitoh, T.Sakata, H.Mori:
Applied Surface Science Vol.254（2008）pp.7723-7727.
●透過型電子顕微鏡

768. Estimation of hydrogen radical density generated from various kinds of catalysts, Thin Solid Films
K. Abe, M. Ida, A. Izumi et al.,
Thin Solid Films 517 (2009), pp. 3449-3451
●ESCA

769. Phase Separation in $La_{1-x}Sr_xMnO_{3+\delta}$ Nanocrystals Studied by Electron Spin Resonance
T. Tajiri, H. Deguchi, S. Kohiki, M. Mito, S. Takagi, M. Mitome, Y. Murakami and A. Kohno
Journal of the Physical Society of Japan, Volume 77, No.7, pp.074715 (2008).
●汎用基礎物性測定装置(SQUID),電子スピン共鳴装置

770. Oxygen-molecule spin-nano-tubes constructed by physisorption into a nano-porous medium
Masaki Mito, Noritoshi Shinto, Yuki Komorida, Takayuki Tajiri,
Hiroyuki Deguchi, Seishi Takagi and Shigemi Kohiki
Phys. Rev. B 78, 064428 (2008)
* Virtual Journal of Nanoscale Science & Technology Sep.15th (2008) Vol.18 Issue 11 に selected.
●汎用基礎物性測定装置

771. Effects of Pressure on Magnetic Properties of Ferrihydrite Antiferromagnetic Nanoparticles
Y. Komorida, N. J. O. Silva, M. Mito, H. Deguchi, S. Takagi, F. Palacio, and V. S. Amaral
J. Phys: Conference Series 150 (2009) 042098.
●汎用基礎物性測定装置

772. AC susceptibility measurements on ceramic Yba_2CuO_7-y superconductor in the GPa region
S. Tominaga, Y. Komorida, M. Mito, H. Deguchi, S. Takagi, K. Koyama and M. Hamada
J. Phys: Conference Series 150 (2009) 052271.
●汎用基礎物性測定装置

773. Pressure-induced ferromagnetic to nonmagnetic transition and the enhancement of ferromagnetic interaction
in the thiazyl-based organic ferromagnet γ-$BBDTAoGaCl_4$
M. Mito, M. Fujino, Y. Komorida, H. Deguchi, S. Takagi, W. Fujita and K. Awaga
J. Phys. Soc. Jpn. 77 (2008) No.12, p.124719.
●汎用基礎物性測定装置

774. Giant non-linear magnetic response in a molecule-based magnet
M. Mito, K.Iriguchi, H. Deuguchi, J. Kishine, K. Kikuchi, H. Osumi, Y. Yoshida, K. Inoue,
Phys. Rev. B 79, 012406 (2009).
●汎用基礎物性測定装置

775. Response of superconductivity and crystal structure of LiFeAs to hydrostatic pressure
Masaki Mito, Michael J Pitcher, Wilson Crichton, Gaston Garbarino, Peter J. Baker, Stephen J. Blundell, Paul Adamson, Dinah R. Parker and Simon J. Clarke,
J. Am. Chem. Soc., 131 (8), pp 2986-2992, 2009
●汎用基礎物性測定装置

776. Surface and Core magnetic anisotropy in maghemite nanoparticles determined by pressure experiments
K. Komorida, M. Mito, H. Deguchi, S. Takagi, A. Millan, N. J. O. Silva, F. Palacio
Appl. Phys. Lett. (2009) in press.
●汎用基礎物性測定装置

777. アルミナ溶射皮膜を封孔する酸化物とその生成過程
大坪文隆、小佐々伸大、篠崎信也、恵良秀則、岸武勝彦
溶接学会論文集　第 26 巻第 2 号 195-201（2008）
●X線回折装置、EPMA

778. 超音波接合による Au/Ag 接合の結晶組織観察
十川三臣、山口富子、大坪文隆、西尾一政、恵良秀則
15th Symposium on Microjoining and Assembly Technology in Electronics(Mate 2009),361-366(2009)
●EBSP, FE-SEM

779. Observation of Bonded Area of Au Bump and Cu Lead with Sn Plating by Thermo-Compression Bonding,
M.Sogawa, F.Otsubo, T.Yamaguchi, H.Era and K.Nishio
Proceedings of International Conference on Electronics Packaging (ICEP) 2008, 291-296(2008)
●TEM

780. Microstructures of Porous Silicon and its Surface Wettability
G. Nagayama, R. Ando and T. Tsuruta
Proceedings of the 7th JSME-KSME Thermal and Fluids Engineering Conference (2008) 1-2
●FE-SEM

781. Fabrication of Macroporous on No-Mask Silicon Substrate for Application to Microsystems
G. Nagayama, R. Ando, K. Muramatsu and T. Tsuruta
Proceedings of 2nd Integration & Commercialization of Micro & Conference & Exhibition (2008) 1-2
●FE-SEM

782. 「エポキシ/アルミナナノコンポジットの創製とガラス転移温度の測定」
長谷祐太, 小迫雅裕, 大塚信也, 匹田政幸（九州工業大学), 田中祀捷（早稲田大学）
平成 21 年電気学会全国大会，2-028，2009 年 3 月（北海道）
●FE-SEM，DSC

783. Experimental Study of the Contamination Simulator
T. Yamamoto and M.Iwata
26th International Symposium on Space Technology and Science,Hamamatsu, Shizuoka, June 1st to 8th 2008, 2008-s-15.
●XPS，FE-SEM

784. 宇宙環境のコンタミネーション付着模擬のための付着手法の比較
山本智之、増井博一、岩田稔、趙孟佑
A-2-1, 航空宇宙学会西部支部
●SEM-EDS

785. Development of Electron-emitting Film for Spacecraft Charging Mitigation: Observation, Endurance and Simulations
M. Cho, T. Okumura, M. Iwata, K. Toyoda, H. Igawa, Y. Fujiwara, S. Hatta, T. Satou, T. Fujita
AIAA-2009-560, 47th AIAA Aerospace Science Meeting, 2009 年 1 月 5 日～9 日, Orlando, USA.
●FE-SEM

786. A NOx Sensor Based on Solid-Electrolyte Impedance Transducer
Y. Shimizu, S. Takase, D. Koba,
Adv. Mater. Res., 47-50, 479-482 (2008).
●X線回折装置

787. Electrocatalytic Properties of Pyrochlore-Type Oxide for PEFC
T. Iwanaga, S. Takase, and Y. Shimizu,
ECS Transactions, 16 (2) 955-959 (2008).
●X線回折装置

788. Preparation of NASICON-Based Ceramic Thick-Film with Electrophoretic Deposition for Solid-State Photoluminescence Device
Y. Shimizu, S. Takase, K. Ida, M. Imamura and I. Koguma,
Key Engineering Materials, 412, 107-111 (2009).
●X線回折装置

789. Preparation of Perovskite-Type Oxide Fine-Powder by Polymer Precursor Method
S. Takase, S. Suzuki, T. Matsumoto, and Y. Shimizu,
ECS Transactions, 16 (25), 87-90 (2009).
●X線回折装置

790. Synthesis of NASICON-Type Luminescent Ceramics
I. Koguma, K. Oishi, S. Takase, and Y. Shimizu,
ECS Transactions, 16 (31), 81-86 (2009).
●X線回折装置

791. Spectral Reflectance of the Close-Packed Structure of Silica Microspheres
Masahiro Kihara, Koji Miyazaki, Hiroshi Tsukamoto
International Journal of Thermophysics Vol.19, No.6 (2008) 2136-2148
●特殊ガス分析用ＦＴ－ＩＲ

792. Numerical Analysis for the Behavior of Multiple Markers in Multiple Phase Diffusion Couples
T.Shimozaki T.Okino and C-G.Lee
Defect and Diffusion Forum Vols.283-286(2009)pp394-400
●ＥＰMA

793. Influence of the vacuum level upon the growth of carbon nanotubes on silicon carbide Surface
J.Yoshida, Y.Yonekubo, T.Nakanishi, H.Okado, M.Naitoh, T.Sakata, H.Mori
Applied Surface Science 254(2008)7723-7727
●ＴEM, ＦＩＢ

794. Observing various nanostructure fabricated on Sn-Si Substrates
Akihiro Furukawa, Hideaki Okado,
department of applied science for intefrated system engineering,kyushu institute of technology
●ＦＥ－ＳEM, ３D－ＳEM, ＸRD, ＴEM

装 置 利 用 実 績

機 器 名		平成16年度	平成17年度	平成18年度	平成19年度	平成20年度
核磁気共鳴装置	件 数	937	1381	1253	1282	1061
(SC-NMR)	時 間	1344	1435	817	1786	2352
質量分析装置	件 数	678	705	554	647	618
(MS)	時 間	1000	1000	1000	1000	982
単結晶X線構造解析	件 数	16	18	6	22	5
	時 間	1711	1838	1039	2567	716
透過型電子顕微鏡	I 枠	46	73	81	120	117
(TEM)	II 枠	62	82	69	132	116
	III 枠	2	8	2	7	0
	ｲｵﾝﾐﾘﾝｸﾞ	1290	1242	538	1081	798
	ﾌｨﾙﾑ	1123	1629	1535	2989	2892
表面分析 (XPS)	件 数	212	347	387	449	541
	時 間	300	573	610	857	824
元素分析装置	件 数	192	203	103	69	36
炭素･硫黄分析装置 (CS)	測定数	127	22	306	309	53
酸素･窒素分析装置	試料数	283	176	228	330	65
(ON) LECO	件 数	289	263	220	330	65
	時 間	38	40	36	52	9
電子スピン (ESR)	件 数	77	35	67	74	36
	時 間	326	194	346	328	240
X線回折装置	標準･薄膜時間	885	965	1071	1053	796
(JDX-3500K)	微小時間	6	7	16	6	8
	高温時間	110	-	-	0	60
DNAシーケンサー	件 数	9	56	8	8	70
(DSQ-500)	時 間	45	56	56	96	
DNAシーケンサー	件 数	0	0	0	0	0
(DSQ-1000)	時 間	0	0	0	0	0
X線構造 (EXAFS)	時 間	98	0	0	0	0
蛍光X線 (XRF)	試料数	13	257	103	45	77
	時 間	9	104	51	53	28
	回 数	6	27	11	22	17
原子吸光分光光度計	時 間	―	―	―	1	0
NMR400M	件 数	H 14990 C 143 HRMAS 他 44	H 15195 C 152 HRMAS 他 20	H 15726 C 107 HRMAS 他 46	H 15783 C 208 HRMAS 2D 121	H 16571 C 272 HRMAS 2D 69

装 置 利 用 実 績

機 器 名		平成16年度	平成17年度	平成18年度	平成19年度	平成20年度
集束ｲｵﾝﾋﾞｰﾑ(FIB)	時　間	536	426	414	457	494
汎用基礎(SQUID)	件　数	554	868	602	559	733
広帯域NMR	件　数	17	7	12	6	6
超高真空AFM	時　間	80	15	137	138	200
赤外分光(FT-IR)	時　間	80	109	68	126	44
ICP発光分光装置	時　間	416	296	189	256	351
電気化学AFM	時　間	52	109	0	131	144
多機能AFM	時　間	109	89	82	132	223
固体NMR　300M	件　数	59	12	24	23	43
	時　間	1411	243	159	930	2418
光散乱光度計	件　数	893	736	585	295	673
	時　間	475	346	288	146	364
ﾌﾟﾛﾃｲﾝｼｰｹﾝｻｰ	ｻｲｸﾙ数	382	185	313	135	187
	ｻﾝﾌﾟﾙ数	32	29	18	14	12
偏向ｾﾞｰﾏﾝ原子吸光	時 間	4	4	2	0	0
共焦点ﾚｰｻﾞｰ顕微鏡	時 間	280	269	398		54
円二色性分散計	時 間	159	119	110	65	173
TOF質量分析計	ｽﾎﾟｯﾄ数	948	352	784	859	
	回　数	88	48	76	109	241
蛍光分光光度計	件　数	57	40	21	84	56
	時　間	253	164	69	113	168
ZEM－1	時　間	651	1572	1302	546	135
恒温恒湿室	時　間	0	0	0	0	0
高周波	時　間	192	0	0	30	0
熱分析装置	時　間	713	975	551	638	505
全自動ガス吸着量	時　間	825	1000	153	1094	602
FE－SEM	時　間	91	180	290	403	431
EBSP	時　間	100	440	92	262	218
3D－SEM	時　間	15	182	506	578	70
超微小硬さ試験機	時　間	125	181	139	59	150
遊星型ボールミル	時　間	―	554	115	49	78
ガス用FT－IR	時　間	―	283	515	142	0
FE－SEM(JMS-6701)	時　間	―	―	―		137
EPMA	時　間	―	―	―	194	5305

分析相談室に寄せられた分析相談

（H21 年 3 月～H22 年 1 月）

対応不可　X、　依頼分析実施　◎、　依頼分析検討中　○

機器分析センターに寄せられた分析相談（学外）

日時	内容		理由
2009 年 3 月 13 日	XRD によるコンクリートの確認	◎	
4 月 21 日	XRD による未知物質の同定	◎	
4 月 27 日	アルミ合金地金中のＯ（酸化物)、Ｎ（窒化物）	◎	
5 月　1 日	液体中の酸化物の定量分析（蛍光 X 線による液体分析）	×	液体は×
5 月 19 日	アルミ合金中の C、S 分析	◎	
6 月　2 日	煮沸苛性ソーダ水溶液によるフラスコの溶解：SiO_2 の定量分析	×	液体は×
6 月　4 日	ICP による貴金属の定量分析		学内に依頼
6 月 10 日	熱物性測定装置 ZEM-1 の利用	×	故障中
6 月 24 日	XRD によるＳ、Ｏ、Ｆｅを含む物質の同定	◎	
7 月　1 日	ICP の利用予約（装置利用希望）		中止
7 月　7 日	XRD　既知検体の XRD データ収集	◎	
7 月 16 日	ICP による金含有の酸またはアルカリ溶液中の Au 濃度分析	○	
7 月 28 日	XPS による Sn の 0、2、4 価の分離		延期
7 月 30 日	ESR 分析	◎	
8 月　4 日	XRF による ZrO_2・nH20 ウェットケーキ中の SiO_2 量を定量	×	要標準試料
8 月 19 日	アルミ合金中の C，S の定量	◎	
9 月 28 日	アンモニウム塩の分子構造（単結晶自動Ｘ線構造解析装置）	×	故障中
10 月　6 日	ＥＳＲによる水中のヒドロキシラジカルの測定	×	困難
10 月　7 日	XPS による Pd 酸化物の同定（阪大）	◎	
10 月 13 日	アルミ合金中の C の定量	◎	
10 月 19 日	EDS によるアルミ合金中のＳｉ、Ｍｇ、Ｓｒのマッピング	◎	
10 月 27 日	含有元素が既知である物質の XRD 分析	◎	
12 月　7 日	蛍光 X 線分析装置による樹脂上のセラミックス：定性分析	◎	
12 月 17 日	アルミ合金中の C の定量	◎	
12 月 21 日	FIB による Cu 表面突起物の観察	◎	
2010 年　1 月　8 日	XRD による物質の同定（元素分析の結果あり）	◎	
学外分析相談件数　　計２６件			

分析相談室に寄せられた分析相談

（H21 年１月～H22 年１月）

対応不可　X、　依頼分析実施　◎、　依頼分析検討中　○

機器分析センターに寄せられた分析相談（学内）

日時	内容		理由
2009 年 1 月 16 日	TG-DTA による Ti 上に塗布した複合酸化物の結晶化温度の測定	×	検出限界
1 月 16 日	現有の FT-IR で遠赤外線分光が可能か？	×	非保有
1 月 20 日	GPC 液体クロマトグラフ装置の利用希望	◎	
2 月 10 日	FE-SEM による Si 上に成膜したアルミナの形状観察	◎	
3 月 3 日	ガス分析専用 FT-IR の利用希望	◎	
3 月 9 日	Ag、Al の蒸着方法について	◎	
3 月 24 日	光散乱分光光度計の利用希望	◎	
4 月 6 日	光散乱分光光度計の利用希望	◎	
6 月 1 日	外部企業に貸出可能な機器の一覧表	◎	
6 月 3 日	客員教授の機器分析センター利用について問い合わせ	◎	
6 月 10 日	SEM の機種選定に関わる相談	◎	
6 月 18 日	他大学で廃棄する比表面積計の受け入れについて相談	×	既存
7 月 6 日	3D-SEM による表面荒さ測定（測定精度 10nm）	◎	
7 月 7 日	ガス分析専用 FT-IR の利用希望	◎	
8 月 21 日	本学所有の AFM（3 機種）の性能について	◎	
9 月 10 日	微小 Si 薄膜結晶の方位決定	△	
9 月 14 日	－100℃～室温での DSC 分析	×	非保有
9 月 25 日	ICP によるスラリーの定量分析（HF を含む）	×	HF 含有
10 月 20 日	メッキ浴中でレーザー照射した Cu 表面の（その場分析？）	×	理解不能
10 月 21 日	XPS による Cu 表面に析出した物質の同定。微小領域 1mm	×	九大を紹介
11 月 4 日	ガス専用 FT-IR の特殊使用	◎	
11 月 4 日	**溶接金属中の酸素，窒素分析**	◎	
11 月 18 日	SEM、XRD 利用の可否	◎	
12 月 2 日	生成した半導体薄膜の表面観察、元素分析、構造解析	◎	
12 月 8 日	数十 nm の微粒子の観察	◎	
12 月 11 日	DSC、TG/DTA による鉛フリーハンだの融点測定	△	勉強不足
12 月 16 日	YBaCuO の XRF、ICP、EDS、WDS 法などによる定量分析	◎	
2010 年 1 月 5 日	XRF による SUS304 の定量分析および C の定量分析	◎	
学内分析相談件数　　計２８件			

機器分析センターの活動

（2009 年 4 月～2010 年 2 月）

2009年 5月11日	液体窒素利用者講習会
5月15日	400 ＮＭＲ装置利用者講習会
5月22日	500 ＮＭＲ装置利用者講習会（第一回）
5月27日	500 ＮＭＲ装置利用者講習会（第二回）
6月 6日	センター見学(山九株式会社及び新任教員 寄附講座５名)
6月 9日	ＸＰＳ装置利用者講習会
6月16日	オートソーブ利用者講習会
7月 8日	センター見学(本学留学生８名)
7月24日	センター見学(常磐高等学校４０名)
8月26日	センター見学(本学情報工学部職員３名)
10月13日	平成21年度機器分析センター運営委員会
10月20日	センター見学(岡山大学４名)
10月28日	センター見学　(福岡県立筑紫中央高等学校２５名)
10月30日	第13回国立大学法人機器・分析センター会議 (神戸大学：センター長，センター長，技術専門職員)
11月19日	ＩＣＰ装置取扱説明会
11月21日	センター見学(工大祭特別企画　電子顕微鏡公開セミナーに　参加した小中学生２７名)
1月27日	第12回九州・山口地区機器・分析センター会議 (九州大学：センター次長)
12月3･4日	電気化学ＡＦＭ利用者講習会
2010年 1月20日	センター見学(韓国昌原大學校短期講習受講生１５名)

講習会８回

センター見学　８回

Tea time

北九州市は、日本でも有数の工業地帯のひとつで工業の盛んな都市ですが、以前は工場群からの煤煙などの大気汚染や洞海湾の汚染などの公害が深刻な状況でした。現在では公害を克服して北九州もずいぶん変わりました。先日天気のいい日に市内全体が一望できる皿倉山に登り、戸畑から八幡にかけて工場が少なくなりその分空き地が多くなっていましたが、変わっているのを改めて実感しました。

約二十年前になりますが、熊本より転勤でここに住み始めた当時のことを思い起こしてみると、環境が改善されたとはいえ、現在と比べるとあまり良い状況ではなかったと思います。北九州市に住み始めたある日、アパートの部屋の空気の入れ替えをしようと窓を開けると工場からと思われる悪臭がして、返って部屋の空気を悪くしてあわてて窓を閉めたり、風向きにもよりますが窓を開けられない日もありました。また夜には煙突からの炎で空が真っ赤に染まっているのにも驚きました。

前任地は熊本市内でしたが、ここは北九州のような工場群はなく環境については良かったように思います。熊本市は周りが山に囲まれ盆地になっているせいか夏の暑さと、冬はほとんど積雪したという記憶はありませんが朝晩の冷え込みには多少参りました。

火の国熊本とよくいわれているようですが実際に住んでみるとそういう感覚はなく、むしろ桜島が頻繁に爆発しているように鹿児島の方が火の国というイメージがします。鹿児島に行った際に、車が火山灰でうっすらと覆われたり、町内にある一般のごみ置き場の横に降灰の集積場がありましたが、熊本市内に７年間住んでいて、阿蘇山が桜島のような爆発があったり、市内にまで降灰したという記憶はありません。熊本は火の国と言うより水がおいしいところと言うイメージを持っています。近くのおじさんが言っていました“ここの水ば阿蘇の伏流水だけんおいしか”。阿蘇の水としてスーパーやコンビニなどでよく見かけますが、熊本市の水道水も市販されているようで、確かに水道の水は夏でもひんやりしていておいしかったです。

この自然豊かな熊本から北九州という工業都市に来た者にとって最初は戸惑うところもありましたが、今では引っ越してきた当時のことが懐かしく思い出されます。

元素分析室　武尾

機器分析センター登録機器 (2010年2月現在)　　1/2

＊＝ｾﾝﾀｰ内設置

部門	機　種　名	設置場所	専門委員	管理者
構造解析部門	高分解能質量分析装置　MS	＊有機物構造解析室	新井	山口
	核磁気共鳴装置Ⅰ500M　NMR	＊　〃	岡内	国末
	核磁気共鳴装置Ⅱ400M　NMR	＊　〃	荒木	－
	固体ＮＭＲ　300M	＊　〃	吉永(耕	－
	広帯域固体ＮＭＲ	電気工学科・数物棟１階	出口	－
	新素材及び複合材料微細構造解析装置（TEM）	＊微細構造解析室	恵良	若山
	集束イオンビーム装置(FIB)	＊　〃	恵良	若山
	CCD 単結晶Ｘ線自動構造解析装置	＊Ｘ線構造解析室	森口	－
	特殊Ｘ線構造解析装置（特殊Ｘ線回折装置）　XRD	＊　〃	篠崎	山本
	〃　（ＥＸＡＦＳ）		下岡	
原子・分子構造解析部門	ＦＴ・ＩＲ	＊Ｘ線構造解析室	坪田	－
	電子スピン共鳴装置　ＥＳＲ	電気工学科・数物棟１階	高木	－
	汎用基礎物性測定装置：SQUID	〃	美藤	－
	光散乱光度計	＊分光分析室	吉永(耕	－
生体機能解析部門	共焦点レーザー顕微鏡	情報工学部 研究棟西７階	引間	－
	円二色性分散計		大内	－
	偏光ｾﾞｰﾏﾝ原子吸光分光光度計		前田	－
	ＴＯＦ質量分析計　TOF-MS		坂本(順	－
	蛍光分光光度計		大内	－
	ＤＮＡシーケンサー　500、1000		末田	修行
	プロテインシーケンサー		前田	山崎
	ＦＴ－ＩＲ		大内	－

機器分析センター登録機器 (2010年2月現在)　　2/2

＊＝ｾﾝﾀｰ内設置

部門	機　種　名	設置場所	専門委員	管理者
	超高真空原子間力顕微鏡 AFM	材料棟１階	大門	－
	多機能原子間力顕微鏡　AFM	＊表面分析室	清水	－
	電気化学原子間力顕微鏡 AFM	＊表面分析室	清水	－
	比表面積計(BET)	＊分光分析室	清水	－
	結晶方位測定解析装置+EDS	＊Ｘ線元素分析室	西尾	白石
	3 次元走査型電子顕微鏡+EDS	＊　〃	西尾	－
	超微小硬度計	＊クリーンルーム	松田	－
	FE-SEM　JSM-6320F	産学連携推進センター	－	－
	FE-SEM　JSM-6701F	＊Ｘ線元素分析室	横野	－
	Ｘ線光電子分光分析装置 AXIS-HS	旧ＳＶＢＬ2 階	－	武尾
	Ｘ線光電子分光分析装置 AXIS-Nova	＊表面分析室	横野	－
元素分析部門	蛍光Ｘ線分析装置　XRF	＊Ｘ線構造解析室	下﨑	山本
	有機元素分析装置　CHN	＊元素分析室１	〃	武尾
	ＩＣＰ発光分光分析装置 ICP	＊元素分析室 2	高須	伊藤
	炭素・硫黄同時分析装置 CN	材料棟４階	－	埋金
	原子吸光光度計	＊試料準備室	－	－
	特殊ガス分析用ＦＴ－ＩＲ	＊教官実験室	下﨑	－
	Ｘ線マイクロアナライザーJXM 8900	産学連携推進センター	－	－
試料作成・データ処理部門	温熱環境試験機	＊温熱環境試験室	－	－
	材料基礎実験用熱分析装置 TG・DTA	〃	高瀬	－
	ワークステーション　WS	＊微細構造解析室	長谷部	若山
	卓上型高周波溶解炉	＊試料作成室	下﨑	－
	アークメルト溶解炉	〃	－	－
	熱電特性評価装置　ZEM-1	〃	下﨑	－
	遊星ボールミル	〃	下﨑	－
	卓上万能試験機　島津 EZ Test	宇宙環境技術研究センター	岩田(稔	－
	液体窒素タンク	＊容器保管庫	高木	－

スタッフ

		(093-884-)
センター長	柘植　顕彦　（教員研究室）	
	e-mail　tsuge@che.kyutech.ac.jp	TEL 884-3317
センター次長	下﨑　敏唯　（教員研究室）	
	e-mail　shimozak@kitcia.kyutech.ac.jp	TEL 884-3393
センター技術専門職員	白石　勝治　（X線元素分析室）	
	e-mail　shiraishi@kitcia.kyutech.ac.jp	TEL 884-3395
〃	武尾　政俊　（元素分析室・表面分析室）	
	e-mail　takeo@kitcia.kyutech.ac.jp	TEL 884-3398,2386
〃	山口　恵子　（有機物構造解析室）	
	e-mail　yamaguch@kitcia.kyutech.ac.jp	TEL 884-3399
〃	國末　真澄　（有機物構造解析室）	
	e-mail　kunisue@kitcia.kyutech.ac.jp	TEL 884-3397
〃	若山　登　　（微細構造解析室）	
	e-mail　wakayama@kitcia.kyutech.ac.jp	TEL 884-3396
〃	山本　克巳　（X線構造解析室）	
	e-mail　katsumi@kitcia.kyutech.ac.jp	TEL 884-3389
事務補佐員	旗生　恵子（事務室）	
	e-mail　kitcia@kitcia.kyutech.ac.jp	TEL 884-3391
	hatabu@kitcia.kyutech.ac.jp	FAX 884-3390

九州工業大学機器分析センター

〒804-8550　北九州市戸畑区仙水町１－１

TEL 093-884-3391　FAX 093-884-3390

E-mail kitcia @kitcia.kyutech.ac.jp センター事務用

Home Page http://www.kitcia.kyutech.ac.jp

Home page をリニューアルしました

–分析相談室：相談無料–

E-mail b-soudan@kitcia.kyutech.ac.jp

TEL 093-884-3393